



(19)

Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 203 532 A1

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:  
08.05.2002 Patentblatt 2002/19

(51) Int Cl.7: A01N 57/20  
// (A01N57/20, 25:34)

(21) Anmeldenummer: 01115068.7

(22) Anmeldetag: 21.06.2001

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE TR  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
AL LT LV MK RO SI

- Dittrich, Günter, Dr.  
39104 Magdeburg (DE)
- Müller, Bernd, Dr.  
39122 Magdeburg (DE)

(30) Priorität: 23.10.2000 DE 10052489

(74) Vertreter: Köckeritz, Günter  
Preussag AG  
Patente & Lizenzen  
Karl-Wiechert-Allee 4  
30625 Hannover (DE)

(72) Erfinder:  
• Hamroll, Bernd, Dr.  
39126 Magdeburg (DE)

## (54) Feste Glyphosat-Formulierung und Verfahren zur Herstellung

(57) Die Erfindung beinhaltet eine feste Formulierung des herbiziden Wirkstoffs Glyphosat (N-Phosphonomethylglycin), die zu Sprudeltabletten gepreßt wird. Die Anwendung erfolgt im landwirtschaftlich-gärtnerischen Bereich zur Abtötung von unerwünschtem Pflanzenwachstum. Die erfindungsgemäße feste Formulierung besteht im wesentlichen aus der freien Glyphosat-Säure, Salzbindern (Alkali- bzw. Ammoniumhydrogencarbonat oder -carbonat in Verbindung mit festen organischen Säu-

ren), Bioaktivatoren und Füllmitteln. Die Mischung läßt sich zu einer geeignet dimensionierten Tablette verpressen und somit auf eine für den Kleinanwender geeignete Spritzbrühmenge pro Flächeneinheit anpassen. Beim Einwerfen in Wasser setzt sich das Glyphosat zum löslichen Salz um. Das entstehende Kohlendioxid begünstigt den raschen Zerfall der Tabletten.

**Beschreibung**

[0001] Die Erfindung betrifft die Zusammensetzung einer festen, wasserlöslichen, den Wirkstoff Glyphosat enthaltenden Formulierung zur Abtötung und/oder Kontrolle von unerwünschtem Pflanzenwachstum und ein Verfahren zu deren Herstellung.

[0002] Glyphosat (N-Phosphonomethylglycin) ist allseits bekannt als gut wirksames und effektives Herbizid. Es ist auch bekannt, daß Glyphosat eine wenig wasserlösliche organische Säure darstellt. Deshalb wird die Glyphosat-Säure in ihren Anwendungsformen als wasserlösliches Salz zur Anwendung gebracht.

Weit verbreitet ist die Formulierung und Anwendung von Glyphosat als Ammonium- oder Isopropylammoniumsalz (US-P 3799758 und Proc. North Cent. Weed Control Conf., 1971, 26, 64).

Auch die Herstellung und Anwendung einer wasserlöslichen natriumsalz-haltigen Glyphosatformulierung ist Gegenstand zahlreicher Veröffentlichungen (z.B. US-P 4140513).

[0003] Es gehört weiterhin zum Stand der Technik, festen Glyphosat-Salz-Formulierungen Hilfsmittel und/oder wirkungsverbessernde Komponenten zuzusetzen. Üblich sind dabei:

- Ionisch und nichtionische Tenside
- Bioaktivatoren
- Streck-, Binde und Füllmittel
- Antibackmittel
- Entschäumer
- Dickungsmittel

[0004] (EP 220902, EP 255760, EP 378985, EP 498145, EP 448538, WO 93/25081, Monsanto Research Disclosure Nr. 27161 "Novel Glyphosate acid wetcake powder formulation effective in control of weeds").

[0005] Handelsübliche flüssige Glyphosat-Formulierungen lassen sich in Wasser gut auf die erforderliche Anwendungskonzentration verdünnen. Nachteilig ist hier die geringe Transporteffektivität, da diese Formulierungen mehr als 50% Wasser enthalten.

[0006] Die Alternative dazu stellen feste wasserlösliche Formulierungen in Form von Granulaten, Pellets, Pasten oder sprühgetrockneten Pulvern dar. Der Nachteil bei diesen festen Formulierungen besteht in einem hohem Fertigungsaufwand, dergestalt, daß man überwiegend von einem Glyphosat wetcake oder einer slurry ausgehen muß, der nach der Homogenisierung der Komponenten unter hohem energetischem Aufwand das Wasser entzogen werden muß.

[0007] Für den Kleinanwender stellt es sich weiterhin nachteilig dar, dass er zum Einsatz auf kleinen Flächen Teilmengen abwiegen muß. Dabei kann es leicht zu Dosierungsfehlern wie Über- oder Unterdosierung kommen.

[0008] Die Aufgabe der Erfindung besteht deshalb darin, die o. g. Nachteile für den Kleinanwender zu ver-

meiden und eine gut dosierbare, rasch in Wasser lösliche, preislich günstige und somit anwenderfreundliche Zusammensetzung für eine Glyphosat-Salz-Feststoffformulierung sowie ein Verfahren zu deren Herstellung zu entwickeln.

[0009] Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe durch die Merkmale der Ansprüche 1 und 6 gelöst. Vorteilhafte Ausbildungen der Erfindung sind in den Ansprüchen 2 und 3 enthalten. Demnach beinhaltet die Erfindung eine

10 feste wasserlösliche, gärtnerisch und landwirtschaftlich nutzbare Zusammensetzung zur Abtötung und/oder Kontrolle von unerwünschtem Pflanzenwachstum mit dem herbiziden Wirkstoff Glyphosat in Form seiner Salze, wobei diese mindestens folgende Bestandteile ent-  
15 hält:

- 10 - 30 Gew.% N-Phosphonomethylglycin (Glyphosat),
- 12 - 52 Gew.% Alkali- oder Ammoniumhydrogen-carbonat bzw. -carbonat,
- 10 - 20 Gew.% Zitronensäure, Oxalsäure oder Adipinsäure,
- 0,5 - 2 Gew.% wasserlösliche Cellulose,
- 8 - 12 Gew.% Alkylethersulfosuccinate, Alkylether-phosphate, ethoxylierte Fettamine und/oder ethoxylierte Fettalkohole,
- 50 - 60 Gew.% Alkali- oder Ammoniumhydrogen-carbonat bzw. -carbonat, Ammoniumsulfat, Harnstoff,
- 0,2 - 1 Gew.% Polydimethylsiloxan und
- 1 - 5 Gew.% Polyethersiloxan.

[0010] Als salzbildende Kationen werden Natrium, Kalium und/oder Ammonium eingesetzt. Alkylethersulfosuccinate, Alkyletherphosphate, ethoxylierte Fettalkohole und/oder ethoxylierte Fettamine werden als Tenside eingesetzt. Die eingesetzten Tenside besitzen neben der oberflächenaktiven Wirkung weiterhin einen die herbizide Wirkung verstärkenden Effekt (Bioaktivatoren). Als Bioaktivatoren werden zusätzlich auch Polye-

40 thersiloxane verwendet. Alkali- und/oder Ammoniumhydrogencarbonate bzw. -carbonate in Verbindung mit den organischen Säuren Citronensäure, Oxalsäure oder Adipinsäure und wasserlösliche Cellulose werden  
45 als kohlendioxidblasenproduzierende Zerfallsbeschleuniger eingesetzt, wobei Natrium-, Kalium- und/oder Ammoniumhydrogencarbonat bzw. -carbonat, Harnstoff, Alkali- und/oder Ammoniumsulfat als Streck-, Binde- und/oder Füllmittel eingesetzt werden. Als Entschäu-  
50 mer werden Polydimethylsiloxane verwendet.

Es wurde überraschend gefunden, dass sich die homogenisierten Formulierungsbestandteile zu einer stabilen Tablette verpressen lassen und diese unter Aufsprudeln klar in Wasser löslich ist. Die Tablette lässt sich so portionieren bzw. dimensionieren, daß sie definiert die auszubringende Menge Glyphosat-Wirkstoff für 5, 10 oder 20 Liter Spritzbrühe enthält.

Die Herstellung dieser Feststoffformulierung erfolgt

nach einem besonders bevorzugtem Merkmal der Erfindung durch Verpressen der homogenisierten Formulierungsbestandteile in einer geeigneten Tablettiermaschine zu einer Sprudeltablette. Geeignet ist z.B. eine Tablettiermaschine vom Typ Korsch EK 4 für Tablettengewichte von 2 - 35 g. Die Tablettenmischung wird mit einem Druck von 70 - 80 Newton verpresst. Die resultierende Tablette (z.B. für 10 Liter Spritzbrühe) hat ein Gewicht von 6 - 7g, einen Durchmesser von 30 mm und eine Höhe von 6 - 8 mm.

**[0011]** Nachfolgend werden 16 Rezepturen der erfindungsgemäßen Formulierung aufgelistet, die nach der zuvor beschriebenen Technik tablettiert werden.

#### Beispiel 1

21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 12,0 % Natriumhydrogencarbonat  
 10,0 % Geropon CF/320  
 57,0 % Ammoniumsulfat

#### Beispiel 2

21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 14,0 % Natriumcarbonat  
 10,0 % Geropon CF/320  
 55,0 % Ammoniumsulfat

#### Beispiel 3

21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 13,0 % Kaliumhydrogencarbonat  
 10,0 % Geropon CF/320  
 56,0 % Ammoniumsulfat

#### Beispiel 4

21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 17,0 % Kaliumcarbonat  
 10,0 % Geropon CF/320  
 52,0 % Ammoniumsulfat

#### Beispiel 5

21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 12,0 % Natriumhydrogencarbonat  
 10,0 % Geropon CF/320  
 56,0 % Harnstoff

1,0 % wasserlösliche Cellulose

#### Beispiel 6

5 [0017]  
 21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 11,0 % Ammoniumhydrogencarbonat  
 10,0 % Geropon CF/320  
 10 [58,0 % Ammoniumsulfat

#### Beispiel 7

#### [0018]

15 21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 11,0 % Ammoniumhydrogencarbonat  
 10,0 % Geronol CFAR  
 20 58,0 % Ammoniumsulfat

#### Beispiel 8

#### [0019]

25 21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 11,0 % Ammoniumhydrogencarbonat  
 10,0 % Rhodameen CF/15 H  
 58,0 % Ammoniumsulfat

#### Beispiel 9

30 [0020]  
 21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 11,0 % Ammoniumhydrogencarbonat  
 10,0 % Rhodasurf D/202  
 58,0 % Ammoniumsulfat

#### Beispiel 10

40 [0021]  
 21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 11,0 % Ammoniumhydrogencarbonat  
 45 10,0 % Geropon CF/320  
 58,0 % Natriumsulfat

#### Beispiel 11

50 [0022]  
 21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 52,0 % Natriumhydrogencarbonat  
 10,0 % Geropon CF/320  
 55 17,0 % Citronensäure-monohydrat

Beispiel 12

[0023]

21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 54,0 % Natriumhydrogencarbonat  
 10,0 % Geropon CF/320  
 15,0 % Oxalsäure-dihydrat

5

- 12 - 52 Gew.-% Alkali- oder Ammoniumhydrogencarbonat bzw. -carbonat als Salzbildner, Streckmittel und Zerfallsbeschleuniger;
- 10-20 Gew.-% Zitronensäure, Oxalsäure oder Adipinsäure als Zerfallsbeschleuniger;
- 0,5 - 2 Gew.-% wasserlösliche Cellulose als Zerfallsbeschleuniger;
- 8 - 12 Gew.-% Alkylethersulfosuccinate, Alkyletherphosphate, ethoxylierte Fettamine und/oder ethoxylierte Fettalkohole, als oberflächenaktive Stoffe und/oder Bioaktivatoren;
- 50 - 60 Gew.-% Alkali- oder Ammoniumhydrogencarbonat bzw. -carbonat, Ammoniumsulfat, Harnstoff, als Binde- und/oder Füllmittel und/oder Zerfallsbeschleuniger;
- 0,2 - 1 Gew.-% Polydimethylsiloxan als Entschäumer;
- 1 - 5 Gew.-% Polyethersiloxan als oberflächenspannungsabsenkendes Mittel

Beispiel 13

10

[0024]

21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 53,0 % Natriumhydrogencarbonat  
 10,0 % Geropon CF/320  
 16,0 % Adipinsäure

15

- 12 - 52 Gew.-% Alkali- oder Ammoniumhydrogencarbonat bzw. -carbonat, Ammoniumsulfat, Harnstoff, als Binde- und/oder Füllmittel und/oder Zerfallsbeschleuniger;
- 0,2 - 1 Gew.-% Polydimethylsiloxan als Entschäumer;
- 1 - 5 Gew.-% Polyethersiloxan als oberflächenspannungsabsenkendes Mittel

Beispiel 14

20

[0025]

21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 51,6 % Ammoniumhydrogencarbonat  
 10,0 % Geropon CF/320  
 17,4 % Citronensäure-monohydrat

25

- 2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** diese 18-22 %, N-Phosphonomethylglycin (Glyphosat) enthält.

Beispiel 15

30

[0026]

21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 52,0 % Natriumhydrogencarbonat  
 9,7 % Geropon CF/320  
 17,0 % Citronensäure-monohydrat  
 0,3 % Rhodorsil Antifoam 6703

35

- 3. Zusammensetzung nach den Ansprüchen 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** diese 10 Gew.% Alkylethersulfosuccinate, Alkyletherphosphate, ethoxylierte Fettamine und/oder ethoxylierte Fettalkohole enthält.
- 4. Zusammensetzung nach einem der obigen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** diese in Tablettform vorliegt und unter Aufsprudeln klar in Wasser löslich ist.

Beispiel 16

40

[0027]

21,0 % Glyphosat freie Säure 95%  
 52,0 % Natriumhydrogencarbonat  
 8,0 % Geropon CF/320  
 2,0 % Break Thru S 275 DS  
 17,0 % Citronensäure-monohydrat

45

- 5. Zusammensetzung nach einem der obigen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Tabletten derart portioniert bzw. dimensioniert sind, daß sie definiert die auszubringende Menge Glyphosat-Wirkstoff für 5, 10 oder 20 Liter einer Spritzbrühe enthalten.
- 6. Verfahren zur Herstellung einer Zusammensetzung nach den Ansprüchen 1 bis 5, durch Mischen und homogenisieren der Rezepturbestandteile, wobei eine Mischung hergestellt wird, welche anschließend bei einem Druck von 70 - 80 Newton zu Tabletten verpresst wird.

Patentansprüche

50

1. Feste wasserlösliche, gärtnerisch und landwirtschaftlich nutzbare Zusammensetzung zur Abtötung und/oder Kontrolle von unerwünschtem Pflanzenwachstum mit dem herbiziden Wirkstoff Glyphosat in Form seiner Salze, wobei diese
  - 10 - 30 Gew.-% N-Phosphonomethylglycin (Glyphosat), als herbizider Wirkstoff;



Europäisches  
Patentamt

## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 01 11 5068

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betritt Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
Y	WO 92 12637 A (MONSANTO CO) 6. August 1992 (1992-08-06) * das ganze Dokument *	1-6	A01N57/20 //(A01N57/20, 25:34)
Y	WO 00 28816 A (SCHELBERGER KLAUS ; SCHNEIDER KARL HEINRICH (DE); BASF AG (DE); ERN) 25. Mai 2000 (2000-05-25) * das ganze Dokument *	1-6	
Y	EP 0 719 500 A (MONSANTO EUROPE SA) 3. Juli 1996 (1996-07-03) * das ganze Dokument *	1-6	
Y,D	EP 0 378 985 A (MONSANTO CO) 25. Juli 1990 (1990-07-25) * das ganze Dokument *	1-6	
RECHERCHIERTE SACHGEBiete (Int.Cl.7)			
A01N			
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Rechercherort	Abschlußdatum der Recherche		Prüfer
MÜNCHEN	15. Oktober 2001		Bertrand, F
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : rechtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument I : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT  
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 01 11 5068

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

15-10-2001

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9212637	A	06-08-1992	AT AU AU DE DE DK EP ES GR JP WO	150254 T 649797 B2 1359592 A 69218411 D1 69218411 T2 568635 T3 0568635 A1 2101088 T3 3023798 T3 6505256 T 9212637 A1	15-04-1997 02-06-1994 27-08-1992 24-04-1997 28-08-1997 22-09-1997 10-11-1993 01-07-1997 30-09-1997 16-06-1994 06-08-1992
WO 0028816	A	25-05-2000	AU WO	1160500 A 0028816 A1	05-06-2000 25-05-2000
EP 0719500	A	03-07-1996	EP AU AU DE ES US	0719500 A1 705685 B2 3902895 A 69411573 D1 2120599 T3 6083875 A	03-07-1996 27-05-1999 11-07-1996 13-08-1998 01-11-1998 04-07-2000
EP 0378985	A	25-07-1990	AT AU AU CA CN DE DE EP EP ES GR JP JP KR NZ WO US US US ZA	139670 T 635514 B2 4833390 A 2006816 A1 1044206 A 68926737 D1 68926737 T2 0378985 A1 0452366 A1 2088906 T3 3021177 T3 2938970 B2 4502618 T 9211035 B1 231897 A 9007275 A1 5656572 A 5872078 A 6228807 B1 8909965 A	15-07-1996 25-03-1993 01-08-1990 30-06-1990 01-08-1990 01-08-1996 28-11-1996 25-07-1990 23-10-1991 01-10-1996 31-12-1996 25-08-1999 14-05-1992 26-12-1992 25-09-1992 12-07-1990 12-08-1997 16-02-1999 08-05-2001 27-11-1991